

**EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

Anmeldenummer: **93109242.3**

int. Cl.<sup>5</sup> **C03C 13/06**

Anmeldetag: **09.06.93**

Priorität: **26.08.92 DE 4228353**

Veröffentlichungstag der Anmeldung:  
**16.03.94 Patentblatt 94/11**

Benannte Vertragsstaaten:  
**AT BE CH DE DK ES FR GB IT LI NL SE**

Anmelder: **DIDIER-WERKE AG**  
**Lessingstrasse 16-18**  
**D-65189 Wiesbaden(DE)**

Erfinder: **Eschner, Axel, Dr.**  
**Waldstrasse 35**  
**D-6200 Wiesbaden(DE)**

Vertreter: **Brückner, Raimund, Dipl.-Ing.**  
**c/o Didier-Werke AG**  
**Lessingstrasse 16-18**  
**D-65189 Wiesbaden (DE)**

**Anorganische Faser.**

Die Erfindung betrifft anorganische Fasern, das Verfahren zu ihrer Herstellung und ihre Verwendung.

Gemäß der Erfindung werden anorganische Fasern bereitgestellt, welche bei einer kurzen Kontaktzeit mit Wasser oder einer physiologischen Körperflüssigkeit ihren Faserhabitus verlieren, so daß eine Gesundheitsgefährdung durch längeres Verbleiben solcher Fasern in oder auf einem menschlichen Gewebe nicht zu erwarten ist.

Die erfindungsgemäßen Fasern zeichnen sich dadurch aus, daß sie zu wenigstens 90 Gew.-% aus 20 - 50 Gew.-% CaO und 50 - 80 Gew.-% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> und einem Rest von maximal 10 Gew.-% üblicher verunreinigender Oxide bestehen.

**EP 0 586 797 A1**

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

Die Erfindung betrifft anorganische Fasern.

Keramische Fasern des Standes der Technik aus dem System  $\text{Al}_2\text{O}_3$ - $\text{SiO}_2$  mit 40 - 75 Gew.-%  $\text{Al}_2\text{O}_3$  mit nicht mehr als 2 Gew.-% Alkali- und Erdalkalioxid sind röntgenamorph, und vorbekannte Fasern mit 80 - 95 Gew.-%  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , Rest  $\text{SiO}_2$ , sind kristallin. Solche Fasern werden zur Wärmeisolation bei erhöhten Temperaturen in Form von Matten und faserhaltigen Formkörpern, sowie zur Herstellung von verstärkten keramischen oder metallischen Formkörpern verwendet. Die vorbekannten keramischen Fasern haben eine hohe Beständigkeit gegen Wasser, d.h. sie lösen sich in Wasser oder in physiologischen Lösungen nicht oder nur nach sehr langer Zeit. Bei Temperaturanwendung kristallisieren die Fasern aus oder zeigen im Fall der bei Anlieferung bereits kristallinen Fasern ein weiteres Kristallwachstum. Der Habitus der Faser, charakterisiert durch das Längen-Durchmesser-Verhältnis, bleibt in allen Fällen erhalten. Dazu kommt, daß in der Anlieferung röntgenamorphe Fasern auf Grund ihres hohen Anteils an  $\text{SiO}_2$  bei Temperaturanwendung Cristobalit bilden, der Silikose verursacht.

Ferner besteht die Vermutung, daß keramische Fasern krebserzeugend sein könnten, wofür als wesentlicher Grund ihre Beständigkeit gegen Lösung in Wasser bzw. in Körperflüssigkeit gesehen wird. Sie bleiben als feinfaserige Fremdkörper ähnlich wie Asbestfasern im Körper erhalten und könnten zu Reizungen führen. Aus "Keramik und Glas", Mitteilungen der Berufsgenossenschaft der Keramischen und Glas-Industrie, März 1992, Nr.1, S. 30 - 41, insbesondere Seite 38 - 40, sind Werte für die sogenannte "Netzwerkauflösegeschwindigkeit" und die Verweildauer von verschiedenen Fasern in Flüssigkeit bekannt.

Bei anorganischen Fasern auf der Basis von im wesentlichen  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  und Erdalkalioxiden wird nach der EP 0 459 897 A1 durch den Zusatz von  $\text{P}_2\text{O}_5$  eine modifizierte Faser erhalten, die sich in Berührung mit einem physiologischen Milieu zersetzen soll. Die Fasern haben einen wesentlichen Anteil an  $\text{SiO}_2$  und können bis etwa 700 °C eingesetzt werden.

Aufgabe der Erfindung ist eine anorganische Faser und deren Herstellung, die möglichst  $\text{SiO}_2$ -frei ist, sich in ihren thermischen und mechanischen Eigenschaften nicht wesentlich von den Fasern aus dem System  $\text{Al}_2\text{O}_3$ - $\text{SiO}_2$  unterscheidet, aber in Anwesenheit von Wasser oder Körperflüssigkeiten, z.B. auf der Haut oder nach dem Einatmen in die Lunge, schnell zerfällt und ihre Faserstruktur vollständig verliert, so daß sie aufgrund ihres Habitus als Faser keine gesundheitsschädlichen Wirkungen ausüben kann.

Zur Lösung der Aufgabe dient die anorganische Faser, welche dadurch gekennzeichnet ist,

daß sie zu wenigstens 90 % aus 20 - 50 Gew.-% CaO und 50 - 80 Gew.-%  $\text{Al}_2\text{O}_3$  und einem Rest von maximal 10 Gew.-% üblicher verunreinigender Oxide besteht. Die anorganische Faser mit erhöhtem Gehalt an Calciumoxid ist nach CEN (Comité Européen de Normalisation) Dokument CEN/TC 187 WG3/N27, Januar 1992, nicht als keramische Faser zu bezeichnen, da diese weniger als 2 Gew.-% Alkali- und Erdalkalioxide enthalten.

Die Erfindung betrifft weiter die Herstellung und die Verwendung der erfindungsgemäßen Fasern.

Der Zusammensetzung der Fasern zu wenigstens 90 % aus 20 - 50 Gew.-% CaO und 50 - 80 Gew.-%  $\text{Al}_2\text{O}_3$  liegt im wesentlichen das System CaO- $\text{Al}_2\text{O}_3$  zugrunde. Die Zusammensetzung der Fasern ist so gewählt, daß sie den Calcium-Aluminatzementen entspricht.

Bei der Herstellung der erfindungsgemäßen Fasern können die üblichen Ausgangsstoffe wie bei der Herstellung von Calcium-Aluminatzement verwendet werden. Ferner können übliche, in geringer Menge zuzusetzende Hilfsstoffe, z.B. Gips ( $\text{CaSO}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ ) oder Anhydrid ( $\text{CaSO}_4$ ) eingesetzt werden.

Übliche oxidische Verunreinigungen in solchen Calcium-Aluminatzementen sind  $\text{MgO}$ ,  $\text{TiO}_2$ , Eisenoxid und  $\text{SiO}_2$ , die daher auch in den erfindungsgemäßen Fasern vorliegen können. Ihre Gesamtmenge sollte jedoch maximal 10 Gew.-%, bezogen auf die Gesamtzusammensetzung der Fasern, und insbesondere 5 Gew.-% nicht übersteigen. Insbesondere soll der Gehalt an  $\text{SiO}_2$  den Wert von 1,5 Gew.-%, bevorzugt 0,8 Gew.-%, nicht übersteigen.

Die Fasern können nach den bekannten Methoden zur Herstellung von mineralischen Fasern hergestellt werden, z.B. durch Verblasen oder Schleuderverfahren.

Die aus der dünnflüssigen Schmelze der Ausgangsstoffe, insbesondere durch Verblasen, erzeugten Fasern gemäß der Erfindung sind weitgehend röntgenamorph, sie hydratisieren und zerfallen bei Kontakt mit Wasser unter Verlust ihrer Faserform.

Die erfindungsgemäßen Fasern haben übliche Abmessungen, vorzugsweise einen Durchmesser von 1 bis 5  $\mu\text{m}$  und einen mittleren Durchmesser von 3  $\mu\text{m}$ , sowie eine Länge von > 20  $\mu\text{m}$ . Bevorzugt beträgt der maximale Durchmesser 10  $\mu\text{m}$ .

Es zeigt sich in überraschender Weise, daß derartige Fasern in Wasser bereits nach wenigen Tagen hydratisieren und beginnen, ihre Faserform zu verlieren.

Die anorganische Faser gemäß der Erfindung zersetzt sich fortschreitend in Gegenwart von Wasser bzw. Körperflüssigkeit durch Hydratation und verliert die Faserstruktur mit zunehmender Hydratation und ist somit auf Grund ihres Habitus als Faser nach relativ kurzer Zeitspanne eines Wasserkontak-

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

tes nicht mehr gesundheitsgefährlich. Dies ist vorteilhaft sowohl bei der Anlieferung und Verarbeitung oder dem Einbau der Fasern bei hieraus bestehenden Formteilen als auch beim Ausbruch von Faserzustellungen, insbesondere in Industrieöfen, und bei der Deponie eines solchen Abbruchmaterials. Wird z.B. eine Ofenpartie aus einem anorganischen Faserprodukt gemäß der Erfindung beim Ausbruch mit Wasser abgespritzt, so hydratisieren die Fasern und nach einigen Tagen können sie als formlose, faserfreie Masse entfernt werden. Diese Masse kann wie ein tonerdereicher Ausbruch entsorgt und recycled werden.

Auch bei einem Einatmen von Fasern zerfallen diese innerhalb längstens weniger Tage, so daß keine Silikosegefährdung zu befürchten ist.

Die anorganischen Fasern gemäß der Erfindung, die im Kontakt mit Wasser ihre Faserform verlieren, stellen daher gegenüber den bisher bekannten keramischen Fasern ein weniger gesundheitsschädliches Produkt dar.

Die anorganische Faser, deren Herstellung und Verwendung wird durch die folgenden Beispiele und unter Bezugnahme auf die in der Zeichnung dargestellten Mikrofotografien näher erläutert.

#### Beispiel 1

Eine Mischung aus 50 Gew.-% Tonerde und 50 Gew.-% calciniertem Kalk wurde zu Pellets verpreßt. Die Pellets wurden in einem Ofen bei 1650 °C geschmolzen, und die Schmelze wurde mit Preßluft verblasen.

Dabei wurden Fasern mit einem Durchmesser von bis zu 8 µm und einem mittleren Faserdurchmesser von 3 µm erhalten. Diese Fasern zeigten bei der Lagerung in Wasser bereits nach 4 Stunden eine beginnende Hydratation und nach 2 Tagen waren die Fasern weitgehendst zerfallen. An der getrockneten Probe der 2 Tage in Wasser gelagerten Fasern konnten bei der Untersuchung im Rasterelektronenmikroskop (REM) keine Fasern mehr nachgewiesen werden.

Die Fig. 1 zeigt eine Fotografie der REM-Aufnahme von Fasern nach ihrer Herstellung bei einer Vergrößerung von x 2100.

In der Fig. 2 ist eine REM-Aufnahme von 2 Tage in Wasser aufbewahrten Fasern bei einer Vergrößerung von x 2000 gezeigt.

Aus dem Vergleich dieser beiden Fotografien ist eindeutig ersichtlich, daß die Fasern nach der Lagerung in Wasser während 2 Tagen ihre Faserstruktur bzw. ihren Faserhabitus fast vollständig verloren hatten.

#### Beispiel 2

Fasern einer anderen Ausgangsmischung mit 63 Gew.-% Tonerde, 30 Gew.-% calciniertem Kalk, 5 Gew.-% Calciumsulfat und 2 Gew.-% verunreinigenden Oxiden ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{SiO}_2$ ) führten zu einem ähnlichen Ergebnis wie die zuvor beschriebenen Fasern der Mischung mit 50 Gew.-% Tonerde und 50 Gew.-% calciniertem Kalk. Bei der Herstellung wurde die Ausgangsmischung wie im Beispiel 1 bei 1650 °C aufgeschmolzen und zu Fasern verblasen.

#### Beispiel 3

Nach in an sich bekannter Weise wurden die Fasern nach Beispiel 2 in Wasser suspendiert und nach Zugabe von Stärke als temporärem Bindemittel nach dem Vakuumsaugverfahren zu Faserkörpern geformt. Die erhaltenen Formkörper zeigten ähnliche Eigenschaften wie die der bekannten Faserformkörper auf der Grundlage der keramischen Fasern des Systems  $\text{Al}_2\text{O}_3$ - $\text{SiO}_2$ . Die Fasern waren weitgehend in ihren Abmessungen in dem hergestellten Formkörper unverändert. Ein durch Brennen bei 1000 °C vorbehandelter Faserkörper wurde in Wasser gelagert. Nach 2 Tagen war der Faserkörper zu einer formlosen Masse zerfallen, in der kaum Fasern mehr nachgewiesen werden konnten.

Aus den erfindungsgemäßen Fasern können durch Vernadeln in an sich bekannter Weise auch sogenannte Faserblankets hergestellt werden.

#### Beispiel 4

Dieses Beispiel zeigt eine vorteilhafte Verwendung der erfindungsgemäßen Fasern zur Herstellung von sogenannten feuerfesten Leichtformkörpern in Form von sogenannten Faserbaukörpern.

Fasern gemäß der Erfindung, hergestellt aus der Mischung mit 50 Gew.-% Tonerde und 50 Gew.-% calciniertem Kalk, geschmolzen und verblasen bei 1650 °C, wurden zur Herstellung von Faserbaukörpern verwendet. Aus 70 Gew.-% Fasern und 30 Gew.-% Wasser wurde eine Formmasse hergestellt, die bei einem Preßdruck von 1 N/m<sup>2</sup> zu Formkörper (Platten) verdichtet wurde. Die Formkörper wurden bei 25 °C, 100 % Luftfeuchtigkeit, über 24 Stunden gelagert, wobei die Fasern weitgehend hydratisierten und hierdurch eine hydraulische Abbindung erfolgte. Es wurde so eine Leichtbauplatte erhalten, in der die Fasern weitgehend zerfallen waren, die aber eine hohe Porosität bei gleichzeitiger hoher mechanischer Festigkeit und ausgezeichneten Feuerfesteigenschaften aufwies. Beim anschließenden Brand bei 1000 °C erwiesen sich die Formkörper als formbeständig. Die Untersuchung im Rasterelektronenmikroskop konnte

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

te nur noch wenige Faserreste nachweisen.

Aus anorganischen Fasern (Durchmesser  $< 10 \mu\text{m}$ ; mittlerer Faserdurchmesser  $3 \mu\text{m}$ ) gemäß der Erfindung und Wasser hergestellte und zu Formkörpern verformte Massen verfestigen bereits nach etwa einem Tag. Nach der Verfestigung und Trocknung weisen die Formkörper trotz der makroskopisch verlorengegangenen Faserstruktur eine ausgezeichnete Festigkeit und hohe Wärmedämmung auf.

8. Verwendung der Faser nach Anspruch 1 zur Herstellung von Dichtungen und Fugenfüllungen bei keramischen Formkörpern.

9. Verwendung der Faser nach Anspruch 1 zur Verstärkung von keramischen oder metallischen Formkörpern.

#### Patentansprüche

1. Anorganische Faser,  
dadurch gekennzeichnet,  
daß die Faser zu wenigstens 90 % aus 20 - 50 Gew.-% CaO und 50 - 80 Gew.-%  $\text{Al}_2\text{O}_3$  und einem Rest von maximal 10 Gew.-% üblicher verunreinigender Oxide besteht.
2. Anorganische Faser nach Anspruch 1,  
dadurch gekennzeichnet,  
daß die Maximalmenge der üblichen verunreinigenden Oxide maximal 5 Gew.-% beträgt.
3. Anorganische Faser nach Anspruch 1,  
dadurch gekennzeichnet,  
daß die Faser zu wenigstens 60 % röntgenamorph ist.
4. Anorganische Faser nach Anspruch 1,  
dadurch gekennzeichnet,  
daß bis zu 1,5 Gew.-%  $\text{SiO}_2$ , bezogen auf die Gesamtzusammensetzung der Faser, enthalten sind.
5. Anorganische Faser nach Anspruch 1,  
dadurch gekennzeichnet,  
daß die Faser einen maximalen Faserdurchmesser von  $10 \mu\text{m}$  hat.
6. Verfahren zur Herstellung der Faser nach Anspruch 1 durch Schmelzen einer oxidischen Zusammensetzung und Verarbeitung zu Fasern in bekannter Weise,  
dadurch gekennzeichnet,  
daß eine Mischung aus Tonerde und calciniertem Kalk mit einer solchen Zusammensetzung eingesetzt wird, daß die Faser zu wenigstens 90 % aus 20 - 50 Gew.-% CaO und 50 - 80 Gew.-%  $\text{Al}_2\text{O}_3$  und einem Rest von maximal 10 Gew.-% üblicher verunreinigender Oxide besteht.
7. Verwendung der Faser nach Anspruch 1 zur Herstellung von wärmeisolierenden Fasermatten, Faserformkörpern oder Faserbaukörpern.

15

20

25

30

35

40

45

50

55

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**





Fig. 1



Fig. 2

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**



Europäisches  
Patentamt

# EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung  
EP 93 10 9242

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int.Cls)
X	FR-A-2 118 026 (MONSANTO CO.) * Seite 2, Zeile 13 - Zeile 20; Ansprüche; Beispiele 1-2,4-5,9-10 *	1-4	C03C13/06
A	* das ganze Dokument * ---	4-9	
X	MATERIALS LETTERS Bd. 11, Nr. 8-9, Juli 1991, AMSTERDAM, NL Seiten 229 - 235 XP216780 F.T.WALLENBERGER ET AL. 'CALCIUM ALUMINATE GLASS FIBERS.....' "CONCLUSIONS" * Seite 234 - Seite 235; Tabellen I,II *	1,2,4	
A	WO-A-92 09536 (PAROC OY AB) * Seite 1, Zeile 6 - Zeile 18 *	7	
A	EP-A-0 016 369 (K-H.IHLEFELD) * das ganze Dokument * -----	1-9	
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchant DEN HAAG		Abschließendes der Recherche 15. Dezember 1993	Prüfer Harbron, J
<b>KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE</b>			
X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A : technologischer Hintergrund O : nichtschriftliche Offenbarung P : Zwischenliteratur		I : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E : älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D : in der Anmeldung angeführtes Dokument L : aus anderen Gründen angeführtes Dokument & : Mitglied der gleichen Patentfamilie, aber einstellendes Dokument	

EPF FORM 150 (02/92) (P/NC/01)

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**

CaO :  $\text{H}_2\text{O}_3$  50% / 45%  
37% / 63%

Sch. H. Mann  
23.2.93

→ Ca A, Phases

↓ in water  
2.4 hours

hydrate to  
non-fibrous nodules

## 5

### Description

The invention relates to inorganic fibres.

10 Ceramic fibres in accordance with the prior art from the  
Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiO<sub>2</sub> system with 40-75 wt.% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> with no more than  
2 wt.% alkaline and alkaline earth oxides are amorphous  
under X-rays and known fibres with 80-95 wt.% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>,  
15 residue SiO<sub>2</sub>, are crystalline. Such fibres are used for  
thermal insulation at elevated temperatures in the form  
of mats and fibre-containing shaped bodies and for the  
manufacture of reinforced ceramic or metallic shaped  
bodies. The known ceramic fibres have a high resistance  
to water, that is to say they do not dissolve in water or  
20 in physiological solutions or only after a very long  
time. When used at high temperature the fibres  
crystallise out or exhibit further crystal growth in the  
case of fibres which are already crystalline when  
delivered. The physical structure of the fibre,  
25 characterised by the length-diameter ratio, is retained  
in all cases. An additional factor is that, when  
supplied, fibres which are amorphous under X-rays form  
cristobalite when used at high temperature, which causes  
silicosis, due to their high content of SiO<sub>2</sub>.

30

There is further the presumption that ceramic fibres could cause cancer and their resistance to dissolving in water or in bodily fluid is seen as an important reason for this. They remain within the body as fine fibrous

foreign bodies, similar to asbestos fibres, and could result in irritation. Values for the so-called "network dissolving speed" and the residence period of different fibres in liquid are known from "Ceramic and Glass",  
5 Reports of the Trade Association of the Ceramic and Glass Industry, March 1992, No.1, p.30-41, particularly pages 38-40.

10 In the case of inorganic fibres on the basis substantially of  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  and alkaline earth oxides, a modified fibre is produced, which is supposed to decompose in contact with a physiological medium, by the addition of  $\text{P}_2\text{O}_5$  in EP 0459897 A1. The fibres have a substantial proportion of  $\text{SiO}_2$  and can be used up to about  
15 700°C.

The object of the invention is an inorganic fibre and the manufacture thereof which is as free as possible of  $\text{SiO}_2$ , does not differ substantially from the fibres of the  
20  $\text{Al}_2\text{O}_3$ - $\text{SiO}_2$  system in its thermal and mechanical properties but which rapidly decomposes in the presence of water or bodily fluids, e.g. on the skin or after being breathed into the lungs, and completely loses its fibre structure so that it cannot exert any health-threatening effects by  
25 reason of its physical construction as a fibre.

The object is solved by the inorganic fibre which is characterised in that it consists to at least 90% of 20-50 wt.%  $\text{CaO}$  and 50-80 wt.%  $\text{Al}_2\text{O}_3$  and a remainder of at  
30 most 10 wt.% of conventional contaminant oxides. The inorganic fibre with an increased content of calcium oxide is, in accordance with CEN (Comite Europeen de Normalisation) Document CEN/TC 187/WG3/N27, January 1992, not be designated as a ceramic fibre since these contain

less than 2 wt.% alkaline and alkaline earth oxides.

5 The invention further relates to the manufacture and the use of the fibres in accordance with the present invention.

10 The  $\text{CaO-Al}_2\text{O}_3$  system is substantially the basis of the composition of the fibres of at least 90% of 20-50 wt.%  $\text{CaO}$  and 50-80 wt.%  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . The composition of the fibres is so selected that it corresponds to the calcium-aluminate cements.

15 In the manufacture of the fibres in accordance with the invention the conventional starting materials used in the manufacture of calcium-aluminate cements can be used. Conventional additives which are to be added in small amounts, e.g. gypsum ( $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) or anhydride ( $\text{CaSO}_4$ ) can also be added.

20 Conventional oxide contaminants in such calcium-aluminate cements are  $\text{MgO}$ ,  $\text{TiO}_2$ , iron oxide and  $\text{SiO}_2$ , which can thus also be present in the fibres in accordance with the invention. Their total amount should, however, not exceed at most 10 wt.% with respect to the total  
25 composition of the fibres, and in particular 5 wt.%. In particular, the content of  $\text{SiO}_2$  should not exceed the value of 1.5 wt.%, preferably 0.8 wt.%.

30 The fibres can be manufactured by the known methods for manufacturing mineral fibres, e.g. by blowing or spinning methods.

The fibres in accordance with the invention produced, particularly by blowing, from the highly fluid melt of

the starting materials are substantially amorphous under X-rays; they hydrate and decompose on contact with water whilst losing their fibre construction.

5 The fibres in accordance with the invention have conventional dimensions, preferably a diameter of 1-5  $\mu\text{m}$  and a mean diameter of 3  $\mu\text{m}$ , and a length of > 20  $\mu\text{m}$ . The maximum diameter is preferably 10  $\mu\text{m}$ .

10 It is found surprisingly that such fibres hydrate and begin to lose their fibre shape in water after only a few days.

15 The inorganic fibre in accordance with the invention decomposes progressively in the presence of water or bodily fluid by hydration and loses the fibre structure with increasing hydration and is thus no longer a health risk due to its physical construction as a fibre after a relatively short period of contact with water. This is  
20 advantageous not only in the supply and processing or the inclusion of the fibres in shaped members made therefrom but also when breaking out fibrous linings, particularly in industrial furnaces, and in the disposal of such broken out material. If, for instance, part of a furnace  
25 comprising an inorganic fibre product in accordance with the invention is sprayed with water in the breaking out process, the fibres hydrate and can be removed after a few days as a shapeless, fibre-free mass. This mass can be disposed of like highly aluminous broken out material  
30 and recycled.

Furthermore, when fibres are breathed in they decompose within a few days at most so that no danger of silicosis is to be feared.



The inorganic fibres in accordance with the invention, which lose their fibre shape in contact with water, thus represent a product which is less injurious to health than the previously known ceramic fibres.

5

The inorganic fibres, their manufacture and use will be explained in more detail in the following examples and with reference to the photomicrographs shown in the drawings.

10

Example 1

A mixture of 50 wt.% alumina and 50 wt.% calcined lime was pressed into pellets. The pellets were melted in a furnace at 1650°C and the melt was blown with compressed air. Fibres with a diameter of up to 8  $\mu\text{m}$  and a mean fibre diameter of 3  $\mu\text{m}$  were produced. These fibres exhibited the beginning of hydration when stored in water after only four hours and after two days the fibres had decomposed almost completely. On examination in a scanning electron microscope (SEM) no fibres could be detected in the dried sample of the fibres stored in water for two days.

20

Fig. 1 shows a photograph of the SEM view of fibres after their manufacture at an enlargement of x 2100.

25

In Fig. 2 an SEM view of fibres stored for two days in water is shown at an enlargement of x 200.

30

It is clearly apparent from the comparison of these two photographs that after being stored in water for two days the fibres had lost their fibre structure or their physical fibre construction almost completely.

Example 2

Fibres from a different starting mixture with 63 wt.% alumina, 30 wt.% calcined lime, 5 wt.% calcium sulphate and 2 wt.% contaminant oxides ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{SiO}_2$ ) produced a similar result as the fibres described above from the mixture with 50 wt.% alumina and 50 wt.%  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . In the manufacture the starting mixture was melted as in Example 1 at  $1650^\circ\text{C}$  and blown into fibres.

10 Example 3

The fibres of Example 2 were suspended in water in a manner known per se and after the addition of starch as a temporary bonding agent were moulded into fibre bodies by the vacuum suction method. The moulded bodies which were produced exhibited similar properties to those of the known moulded fibre bodies based on ceramic fibres of the  $\text{Al}_2\text{O}_3$ - $\text{SiO}_2$  system. The dimensions of the fibres were substantially unaltered in the manufactured moulded body. A fibre body pretreated by firing at  $1000^\circ\text{C}$  was stored in water. After two days the fibre body had decomposed into a shapeless mass in which scarcely any fibres could be detected.

25 So-called fibre blankets can also be produced from the fibres in accordance with the invention by needling in a manner known per se.

Example 4

30 This example shows an advantageous use of the fibres in accordance with the invention for the production of so-called refractory lightweight bodies in the form of so-called fibrous construction bodies.

Fibres in accordance with the invention, produced from

the mixture with 50 wt.% alumina and 50 wt.% calcined lime, melted and blown at 1650°C, were used for the manufacture of fibrous construction bodies. A moulding composition, which was compressed at a pressure of 1N/m<sup>2</sup> into moulded bodies (plates), was produced from 70 wt.% fibres and 30 wt.% water. The moulded bodies were stored for 24 hours at 25°C, 100% air humidity, whereby the fibres substantially hydrated and a hydraulic bond thus occurred. A light construction plate was thus produced in which the fibres had substantially decomposed but which had a high porosity and at the same time a high mechanical strength and excellent refractory properties. On subsequent firing at 1000°C the moulded bodies proved to be shape stable. Examination in the scanning electron microscope could only detect a few fibre residues.

Compositions produced from inorganic fibres (diameter < 10 µm; mean fibre diameter 3 µm) in accordance with the invention and water and shaped into moulded bodies harden after only about one day. After hardening and drying the moulded bodies exhibit an excellent strength and high thermal insulation despite the fact that the fibre structure has disappeared on a macroscopic scale.

CLAIMS

- 5 1. Inorganic fibre, characterised in that the fibre consists to at least 90% of 20-50 wt.% CaO and 50-80 wt.%  $\text{Al}_2\text{O}_3$  and a remainder of at most 10 wt.% of conventional contaminant oxides.
- 10 2. Inorganic fibre as claimed in claim 1, characterised in that the maximum amount of the conventional contaminant oxides is at most 5 wt.%.
- 15 3. Inorganic fibre as claimed in claim 1, characterised in that the fibre is at least 60% amorphous under X-rays.
4. Inorganic fibre as claimed in claim 1, characterised in that up to 1.5 wt.%  $\text{SiO}_2$  with respect to the entire composition of the fibre is included.
- 20 5. Inorganic fibre as claimed in claim 1, characterised in that the fibre has a maximum fibre diameter of 10  $\mu\text{m}$ .
- 25 6. Method of manufacturing the fibre as claimed in claim 1 by melting an oxidic composition and processing into fibres in a known manner, characterised in that a mixture of alumina and calcined lime is used with such a composition, that the fibre consists to at least 90% of 20-50 wt.% CaO and 50-80 wt.%  $\text{Al}_2\text{O}_3$  and a remainder of at most 10 wt.% of conventional contaminant oxides.
- 30 7. Use of the fibre as claimed in claim 1 for the manufacture of heat-insulating fibre mats, moulded fibre bodies or fibrous construction bodies.

9

8. Use of the fibre as claimed in claim 1 for the manufacture of seals and joint fillers with ceramic moulded bodies.

5

9. Use of the fibre as claimed in claim 1 for the reinforcement of ceramic or metallic moulded bodies.

10

# ABSTRACT

## Inorganic Fibre

5

The invention relates to inorganic, oxidic fibres, the method of manufacturing them and their use.

10

In accordance with the invention, inorganic fibres are prepared which lose their physical fibre construction on a short contact time with water or a physiological body fluid so that no health risk is to be expected as a result of such fibres remaining for a relatively long time in or on human tissue.

15

The fibres in accordance with the invention are characterised in that they consist to at least 90% of 20-50 wt.% CaO and 50-80 wt.%  $Al_2O_3$  and a remainder of at most 10 wt.% conventional contaminant oxides.